

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-096171

(43)Date of publication of application : 14.04.1998

(51)Int.Cl.

D06M 15/41
D02G 3/48
D06M 11/79
D06M 15/693

(21)Application number : 08-247491

(71)Applicant : UNITIKA LTD

(22)Date of filing : 19.09.1996

(72)Inventor : KITAHARA TAKESHI

KAKUMOTO KOJI

MATSUO NAOHIRO

(54) TREATMENT FOR POLYESTER YARN FOR REINFORCING RUBBER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for treating a polyester for reinforcing rubber, capable of improving adhesiveness between a polyester yarn and rubber, not causing gum-up phenomena in a treating process, bettering workability and productivity and providing a high-quality product.

SOLUTION: A polyester yarn is treated with an adhesive solution which is obtained by mixing a precondensate between a resorcinol and formaldehyde with a rubber latex, aging the solution and blending the solution with an aqueous solution of a condensate of 2,6-bis(2',4'-dihydroxyphenylmethyl)-4- chlorophenol, 2,6-dihydroxyphenylmethyl)-4-chlorophenol and resorcinol in ammonia water having ≥ 70 centipoise viscosity measured in a solution at 20 ± 0.5 wt.% solid content concentration, at pH ≥ 10 at $20\pm 0.2^\circ\text{C}$ and swelling laminar clay minerals and then heat-treated at $210\text{--}250^\circ\text{C}$.

*** NOTICES ***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]Initial condensate and rubber latex of resorcinol and formaldehyde are mixed for polyester fiber, To ripened liquid (**), with an aqueous ammonia solution of 2,6-bis(2' and 4'-dihydroxy phenylmethyl)-4-chlorophenol, 2,6-dihydroxymethyl- 4-chlorophenol, and a condensate of resorcinol. Solids concentration 20**0.5 Viscosity measured by temperature 20**0.2 ** adds thing (**) and swelling laminar clay mineral (**) of 70 or more centipoises about weight % and pH ten or more solutions, It processes and ranks second with adhesion liquid mixed and obtained. A disposal method of polyester fiber for rubber reinforcement heat-treating at temperature of 210 to 250 **.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the disposal method of the polyester fiber used for reinforcement of rubber goods, such as a tire, a conveyor belt, a V belt, and a hose.

[0002]

[Description of the Prior Art] The polyester fiber which makes polyethylene terephthalate and this a subject is excellent in intensity, dimensional stability, etc., and is widely used as textiles for rubber reinforcement. However, polyester fiber has the fault that an adhesive property with rubber is not good.

Conventionally, the method of improving the adhesive property of polyester fiber and rubber is proposed variously.

[0003] As the typical method, In the liquid (RFL liquid) which consists of the initial condensate and rubber latex of resorcinol and formaldehyde There is the method (JP,46-11251,B) of processing with the adhesion liquid which blended 2,6-bis(2' and 4'-dihydroxy phenylmethyl)-4-chlorophenol. However, in order not to obtain adhesive strength sufficient in this method but to heighten adhesive strength, when it increases coating weight of adhesives or heat treatment temperature after adhesives grant is made high, at the process of the topping to future processes, for example, softening, and rubber, etc. Adhesives were omitted and there was a problem that adhesive strength declined, appearance worsened, or the strength reduction of the textiles by high temperature heat treatment happened.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention, without increasing the amount of adhesives grants or making high heat treatment temperature after adhesives grant, High adhesive strength tends to be shown, and a gum rise phenomenon does not tend to be caused

in down stream processing, but workability and productivity tend to be raised, and it is going to provide the disposal method of polyester fiber for rubber reinforcement which gives quality polyester fiber for rubber reinforcement.

[0005]

[Means for Solving the Problem] This invention solves the above-mentioned technical problem, and the gist is as follows. Initial condensate and rubber latex of resorcinol and formaldehyde are mixed for polyester fiber, To ripened liquid (**), with an aqueous ammonia solution of 2,6-bis(2' and 4'-dihydroxy phenylmethyl)-4-chlorophenol, 2,6-dihydroxymethyl- 4-chlorophenol, and a condensate of resorcinol. Solids concentration 20**0.5 Viscosity measured by temperature 20**0.2 ** adds thing (**) and swelling laminar clay mineral (**) of 70 or more centipoises about weight % and pH ten or more solutions, It processes and ranks second with adhesion liquid mixed and obtained. Disposal method of polyester fiber for rubber reinforcement heat-treating at temperature of 210 to 250 **.

[0006]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, this invention is explained in detail.

[0007] Polyester fiber in this invention is a thing of the gestalt of filament yarn, throwing, a code, textiles, a nonwoven fabric, etc. which consists of polyester which makes polyethylene terephthalate and this a subject. What gave the epoxy compound etc. at the silk manufacture process, and improved the adhesive property may be sufficient as polyester fiber.

[0008] moreover -- as the initial condensate of the resorcinol and formaldehyde in this invention -- resorcinol and formaldehyde -- mole ratio 1:0.5-6 -- desirable -- The initial condensate which is 1:1-3 and was made to condense using alkali or an acid catalyst is suitable.

[0009] As rubber latex, "PIRATEKKUSU" (Sumitomo AB latex company trade name), "JSR-0652" (Japan Synthetic Rubber Co., Ltd. trade name), "NIPPORU 2518FS", SBR latex, such as VP latex, such as "NIPPORU 2518GL" (Nippon Zeon Co., Ltd. trade name), "JSR-2108" (Japan Synthetic Rubber Co., Ltd. trade name), and "NIPPORU LX-112" (Nippon Zeon Co., Ltd. trade name), etc. are used preferably.

[0010] RFL liquid (b) is prepared by a solid content weight ratio in the initial condensate and rubber latex of resorcinol and formaldehyde 1:1-15, and by mixing at a rate of 1:3-12 preferably. If the ratio of rubber RATTEKUSU is too small, hardening of a process code and the fall of adhesive strength will be caused, and if too large, the adhesiveness of a process code will increase, a trouble will be caused, and satisfactory adhesive strength is not obtained.

[0011] In this invention, solution (**) of the condensation phenolic compound mixed in RFL liquid, 2,6-bis(2' and 4'-dihydroxy phenylmethyl)-4-chlorophenol, 2,6-dihydroxymethyl- 4-chlorophenol, and resorcinol can be obtained by making it react in an alkaline aqueous solution by a suitable mole ratio. And the viscosity measured by the aforementioned method is the thing of the hyperviscosity of 70 or more centipoises, i.e., the thing of the amount of

polymers which can form a firm adhesives coat in a fiber surface, and if this solution (**) is *****^{copies}, there is. [no] As a condensation phenolic compound of such hyperviscosity, a hyperviscous type "DENABONDO" (Nagase Chemical Industry company trade name) is used preferably.

[0012]The addition to the RFL liquid of solution (**) of a condensation phenolic compound is the solid content weight of RFL liquid. It is appropriate to make it 10-50 ^{copies} of solid content weight become 20-40 copies preferably to 100 copies. If there are not much few these additions, when high adhesive strength is not obtained but it is too large, while the tendency for adhesive strength to decline rather is shown, omission of adhesives and a gum rise become remarkable, cause the trouble of roller dirt etc., cause hardening and the cost hike of a process code further, and are not preferred.

[0013]As swelling laminar clay mineral (**), the synthetic smectite which comprises silicon, magnesium, aluminum, oxygen, and a hydroxyl group is mentioned. As a commercial item of a such swelling laminar clay mineral, there are "Lucentite SWN", the "Lucentite SPN" (CO-OP CHEMICAL CO., LTD. trade name), etc.

[0014]As for swelling laminar clay mineral (**), in order to distribute RFL liquid uniformly, it is preferred to change into the state of about 2% of the weight of a water dispersion, and to add in RFL liquid. And the addition is the solid content weight of RFL liquid. It is appropriate to make it 0.05-1.00 ^{copies} of solid content weight become 0.10-0.50 copy preferably to 100 copies. If there are not much few these additions, while the tendency for high adhesive strength not to be obtained, but for the viscosity of adhesion liquid to become high if too large, for regulation of the amount of grants to become difficult, or for adhesive strength to decline rather is shown, a cost hike is caused and it is not desirable.

[0015]In this invention, polyester fiber is processed with the adhesion liquid prepared by doing in this way. This processing immerses polyester fiber into adhesion liquid, and it extracts the textiles to which adhesion liquid adhered with the squeezing roller which adjusted the pressure, or it usually lets it pass to the DEYUEBA device which adjusted the decompression degree, Excessive adhesion liquid is removed and adhesion liquid (dip) coating weight is performed by usually adjusting one to 10% of the weight, so that it may become 2 to 7 % of the weight preferably.

[0016]The polyester fiber given adhesion liquid ranks second, is 80-160 ** and is usually heat-treated for 0.5 to 5 minutes by 200 after drying for 0.5 to 10 minutes - 250 **. The temperature of this heat treatment. As for formation of the adhesives coat to a textiles top, and a reaction with rubber, less than 200 ** is insufficient, and satisfactory adhesive strength is not obtained, but, on the other hand, at the elevated temperature exceeding 250 **. The adhesives coat formed on textiles deteriorates, adhesive strength declines, or in order that the polyester which forms textiles may cause a pyrolysis, the strength of textiles, etc. decline, and it is not

desirable.

[0017]Although one-step processing is enough as the processing with the adhesion liquid in this invention, usually, After processing the 1st step with the adhesion liquid by this invention depending on the case, the 2nd step may be processed with usual RFL liquid, or two-step processing (concentration of the 2nd step is usually made low) may be carried out with the adhesion liquid in this invention from which concentration differs.

[0018]Thus, the polyester fiber to which processing and heat treatment with adhesion liquid were performed is embedded into the rubber composition which made crude rubber or a synthetic rubber the subject, is heated and vulcanized under application of pressure, and is pasted up with rubber.

[0019]

[Function]In this invention, since the condensation phenolic compound of the hyperviscosity of polymers, i.e., the amount, is blended with adhesion liquid, a firm adhesives coat is easy to be formed on textiles, and even if the heat treatment temperature after adhesives grant is comparatively low, showing high adhesive strength is admited. Since the swelling laminar clay mineral is blended, the viscosity of adhesion liquid becomes uniform, and it adheres to adhesion liquid on textiles in the uniform state, and accepts as that in which a uniform adhesives coat is formed.

[0020]

[Example]Next, an example explains this invention concretely. In an example, a "part" means a weight section and the measuring method is as follows.

(1) Dry for 1 hour at 120 ** after weighing precisely and extracting the samples (aqueous ammonia solution) 4-5g to the magnetic crucible of solids concentration weight known and evaporating to dryness on a water bath, after cooling, carry out weighing, calculate the quantity of residue, and compute solids concentration.

(2) Extract a sample to pH beaker and measure with the pH meter of a glass electrode-calomel electrode.

(3) Extract a sample in a measurement-of-viscosity container, adjust temperature to 20**0.2 ** in a thermostat, and measure with BL type rotation viscometer (made by Tokyo Keiki Co., Ltd.). When the solids concentration of the sample is over 20.5 % of the weight, Dilute with an ammonia solution (5 N or 5 N or more), on the other hand, when the solids concentration of a sample is less than 19.5 % of the weight, it is made to evaporate slowly at the temperature of 50 ** or less under decompression, and the solids concentration of a sample is 20**0.5.

Viscosity is measured, after adjusting so that it may become weight %. When pH is less than ten, an ammonia solution is added 28% and it adjusts.

(4) Measure according to the adhesive strength-A method of JIS-L 1017 (1983) using the rubber compound of the presentation shown in the adhesive strength table 1.

[0021]

[Table 1]

組成	部
天然ゴム (RSS#4)	40
ブタジエン-スチレンゴム (#1502)	30
HAFカーボンブラック	25
亜鉛華	2.5
ステアリン酸	0.7
硫黄	1.3
加硫促進剤	0.5

[0022](5) Measure according to the dip pickup of dip coating weight JIS-L-1017 (1983), and a solution process (2).

[0023]It is water to Examples 1-2 and 32 copies of 1 to 310% of comparative example sodium hydroxide solution. After adding 820 copies, 41 copies of resorcinols were added, and it agitated and dissolved. Subsequently, 36 copies of formalin is added 37%, and it agitates for 5 minutes, and is made to react at 25 ** for 2 hours. It is the obtained reaction mixture VP latex [of 41% of solids concentration]: "PIRATEKKUSU" After carrying out agitation mixing to 605 copies for 10 minutes in addition, agitating, it was made to ripe at 25 ** for 22 hours, and was considered as RFL liquid (b). In addition to this RFL liquid (**), it agitated in the quantity (part) which shows the 2-% of the weight water dispersion of aqueous ammonia solution: "DENABONDO" (DB) (**) and swelling laminar clay mineral "Lucentite SWN" (RT) (**) of 20% of the solids concentration of a condensation phenolic compound in Table 2, and the adhesion liquid A-E was obtained to it. (The adhesion liquid B, C, and D is an object for comparative examples.)

[0024]

[Table 2]

接着液	A	B	C	D	E
DB粘度	75	75	75	50	105
DB添加量	30	30	0	30	30
RT添加量	0.20	0	0.20	0.20	0.20

注：(1) DB (デナボンド) 粘度の単位は、センチポアズ。

(2) DB 及び RT (膨潤性層状粘土鉱物) の添加量は、

固形分重量比でRFL 100部に対するもの。

[0025]A polyethylene terephthalate chip is supplied to an extruder type melt spinning machine, and it is spinning temperature. By 300 - 305 **, spinning was carried out, it extended, and

polyester yarn of 1500d/252f was obtained. 0.92 and terminal carboxyl group concentration were [23eq/10⁶g, and the intensity of the obtained polyester yarn of intrinsic viscosity (the same weight mixture of phenol and ethanetetrachloride is used as a solvent, and it measures at the temperature of 20 **)] 8.7 g/d.

[0026]these two polyester yarn is used as a code with the number of twist of 40 lower **/10 cm, and 40 upper **/ten cm, and is immersed in each of the above-mentioned adhesion liquid using Ritz Ra KOMPYUTORITA -- 120 ** It heat-treated for 120 seconds at 240 ** after drying for 100 seconds. Thus, the obtained process code is embedded at the rubber sheet of the presentation shown in Table 1, and it is a pressure. 100 kg/cm², temperature It vulcanized for 30 minutes at 150 **, and adhesive strength was measured. Dip coating weight and adhesive strength are shown in Table 3.

[0027]

[Table 3]

	実施例		比較例		
	1	2	1	2	3
使用接着液	A	B	B	C	D
ディップ付着量(%)	5.2	5.3	5.1	5.5	5.3
接着力(kg/cm)	18.8	19.0	16.7	10.2	16.6

[0028]In Examples 1-2 of this invention, as for the adhesive strength of a process code and rubber, it is good and dirt, such as a roller which is contacting parts with polyester fiber, did not become few an operation top problem, either, so that clearly from Table 3. On the other hand, although there is no dirt, such as a roller, in the adhesive strength of a process code and rubber, it cannot be satisfied with the comparative examples 1-3.

[0029]

[Effect of the Invention]According to this invention, while raising an adhesive property with the rubber of polyester fiber, the disposal method of polyester fiber for rubber reinforcement which does not cause a gum rise phenomenon in down stream processing, raises workability and productivity, and gives a high-definition product is provided.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-96171

(13)公開日 平成10年(1998)4月14日

(51)Int.Cl.⁶
D 0 6 M 15/41
D 0 2 G 3/48
D 0 6 M 11/79
15/693

識別記号

F I
D 0 6 M 15/41
D 0 2 G 3/48
D 0 6 M 15/693
11/06

審査請求 未請求 請求項の数1 O.L. (全4頁)

(21)出願番号 特願平8-247491

(71)出願人 000004503

ユニチカ株式会社

兵庫県尼崎市東本町1丁目50番地

(22)出願日 平成8年(1996)9月19日

(72)発明者 北原 武司

京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ株
式会社中央研究所内

(72)発明者 角本 幸治

京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ株
式会社中央研究所内

(72)発明者 松尾 嘉弘

京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ株
式会社中央研究所内

(54)【発明の名称】 ゴム補強用ポリエスチル繊維の処理方法

(57)【要約】

【課題】 ポリエスチル繊維のゴムとの接着性を向上させるとともに、処理工程においてガムアップ現象を起こさず、作業性や生産性を向上させ、また、高品位の製品を与えるゴム補強用ポリエスチル繊維の処理方法を提供する。

【解決手段】 ポリエスチル繊維を、レゾルシンとホルムアルデヒドとの初期縮合物及びゴムラテックスを混合し、熟成させた液(イ)に、2,6-ビス(2',4'-ジヒドロキシフェニルメチル)-4-クロロフェノール、2,6-ジヒドロキシメチル-4-クロロフェノール及びレゾルシンの縮合物のアンモニア水溶液で、固形分濃度20±0.5重量%、pH10以上の溶液について、温度20±0.2°Cで測定した粘度が70センチボイス以上のもの(ロ)及び膨潤性層状粘土鉱物(ハ)を添加、混合して得た接着液で処理し、次いで210°C~250°Cの温度で熱処理する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリエステル繊維を、レゾルシンとホルムアルデヒドとの初期縮合物及びゴムラテックスを混合し、熟成させた液(イ)に、2,6-ビス(2',4'-ジヒドロキシフェニルメチル)-4-クロロフェノール、2,6-ジヒドロキシメチル-4-クロロフェノール及びレゾルシンの縮合物のアソモニア水溶液で、固形分濃度 20 ± 0.5 重量%、pH10以上の溶液について、温度 20 ± 0.2 ℃で測定した粘度が70センチボイス以上のもの(ロ)及び膨潤性層状粘土鉱物(ハ)を添加、混合して得た接着液で処理し、次いで210~250℃の温度で熱処理することを特徴とするゴム補強用ポリエステル繊維の処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、タイヤ、コンベアベルト、Vベルト、ホース等のゴム製品の補強用に使用されるポリエステル繊維の処理方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 ポリエチレンレフタート及びこれを主体とするポリエステル繊維は、強度、寸法安定性等に優れ、ゴム補強用繊維として広く使用されている。しかしながら、ポリエステル繊維は、ゴムとの接着性が良好でないという欠点を有しており、従来、ポリエステル繊維とゴムとの接着性を改良する方法が種々提案されている。

【0003】 その代表的な方法として、レゾルシンとホルムアルデヒドとの初期縮合物及びゴムラテックスからなる液(RFL液)に、2,6-ビス(2',4'-ジヒドロキシフェニルメチル)-4-クロロフェノールを配合した接着液で処理する方法(特公昭46-11251号)がある。しかし、この方法では、十分な接着力が得られず、接着力を高めるために接着剤の付着量を多くしたり、接着剤付与後の熱処理温度を高くすると、以後の工程、例えば、ソフニング、ゴムへのトッピング等の工程で、接着剤が脱落して接着力が低下したり、外観が悪くなったり、高温熱処理による繊維の強度低下が起こりするという問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、接着剤付着量を多くしたり、接着剤付与後の熱処理温度を高くしたりすることなく、高い接着力を示し、処理工程においてガムアップ現象を起こさず、作業性や生産性を向上させ、高品質のゴム補強用ポリエステル繊維を与えるゴム補強用ポリエステル繊維の処理方法を提供しようとするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、上記の課題を解決するもので、その要旨は、次の通りである。ポリエ

ステル繊維を、レゾルシンとホルムアルデヒドとの初期縮合物及びゴムラテックスを混合し、熟成させた液

(イ)に、2,6-ビス(2',4'-ジヒドロキシフェニルメチル)-4-クロロフェノール、2,6-ジヒドロキシメチル-4-クロロフェノール及びレゾルシンの縮合物のアソモニア水溶液で、固形分濃度 20 ± 0.5 重量%、pH10以上の溶液について、温度 20 ± 0.2 ℃で測定した粘度が70センチボイス以上のもの(ロ)及び膨潤性層状粘土鉱物(ハ)を添加、混合して得た接着液で処理し、次いで210~250℃の温度で熱処理することを特徴とするゴム補強用ポリエステル繊維の処理方法。

【0006】

【発明の実施の形態】 以下、本発明について詳細に説明する。

【0007】 本発明におけるポリエステル繊維は、ポリエチレンレフタート及びこれを主体とするポリエステルからなるフィラメント糸、撚糸、コード、織物、不織布等の形態のものである。また、ポリエステル繊維は、製糸工程でエボキシ化合物等を付与して、接着性を高めたものでよい。

【0008】 また、本発明におけるレゾルシンとホルムアルデヒドとの初期縮合物としては、レゾルシンとホルムアルデヒドとをモル比1:0.5~6、好ましくは1:1~3で、アルカリ又は酸性触媒を用いて縮合させた初期縮合物が適当である。

【0009】 ゴムラテックスとしては、「ビラテックス」(住友エイバー・ラテックス社商品名)、「JSR-0652」(日本合成ゴム社商品名)、「ニッポール2518F-S」、「ニッポール2518GL」(日本ゼオン社商品名)等のVPLテックス、「JSR-2108」(日本合成ゴム社商品名)、「ニッポールLX-112」(日本ゼオン社商品名)等のSBRラテックス等が好ましく用いられる。

【0010】 RFL液(イ)は、レゾルシンとホルムアルデヒドとの初期縮合物及びゴムラテックスを固形分重量比で1:1~15、好ましくは1:3~12の割合で混合することにより調製される。ゴムラテックスの比率が小さすぎると処理コードの硬化と接着力の低下をきたし、大きすぎると処理コードの粘着性が増してトラブルを起こすと共に、満足な接着力が得られない。

【0011】 本発明において、RFL液に混合する縮合フェノール化合物の溶液(ロ)は、2,6-ビス(2',4'-ジヒドロキシフェニルメチル)-4-クロロフェノール、2,6-ジヒドロキシメチル-4-クロロフェノール及びレゾルシンを、適当なモル比で、アルカリ水溶液中で反応させることにより得ることができる。そして、この溶液(ロ)は、前記の方法で測定した粘度が70センチボイス以上の高粘度のもの、すなわち、繊維表面で強固な接着剤皮膜を形成し得る高分子量のものでなければならぬ。このような高粘度の縮合フェノール化合物としては、高粘度タイプ「デナボンド」(長瀬化成工業社商品

名)が好ましく用いられる。

【0012】総合フェノール化合物の溶液(ロ)のRFL液への添加量は、RFL液の固形分重量100部に対して、固形分重量10~50部、好ましくは20~40部となるようにするのが適當である。この添加量があまり少なければ高接着力が得られず、多すぎると接着力がむしろ低下する傾向を示すとともに、接着剤の脱落、ガムアップが著しくなり、ヨーラ汚れ等のトラブルを起こし、さらに、処理コードの硬化やコストアップを招き、好ましくない。

【0013】また、膨潤性層状粘土鉱物(ハ)としては、ケイ素、マグネシウム、アルミニウム、酸素及び水酸基から構成される合成スマクタイトが挙げられる。このよう膨潤性層状粘土鉱物の市販品としては、「ルーセンタイトSW」、「ルーセンタイトSPN」(コーパケミカル社商品名)等がある。

【0014】膨潤性層状粘土鉱物(ハ)は、RFL液に均一に分散させるため、およそ2重量%の水分散液の状態にしてRFL液に添加するのが好ましい。そして、その添加量は、RFL液の固形分重量100部に対して、固形分重量0.05~1.00部、好ましくは0.10~0.50部となるようになるのが適當である。この添加量があまり少なければ高接着力が得られず、多すぎると接着液の粘性が高くなり、付与量の調節が困難になったり、接着力がむしろ低下する傾向を示すとともに、コストアップを招き、好ましくない。

【0015】本発明においては、このようにして調製された接着液でポリエチル繊維を処理する。この処理は、通常、ポリエチル繊維を接着液中に浸漬し、接着液の付着した繊維を圧力を調整した絞りローラで絞ったり、減圧度を調整したデュエバー装置に通したりして、余剰の接着液を除去し、接着液(ディップ)付着量が、通常1~10重量%、好ましくは2~7重量%となるよう調整することにより行われる。

【0016】接着液を付与されたポリエチル繊維は、次いで、通常、80~160°Cで、0.5~10分間乾燥された後、200~250°Cで、0.5~5分間熱処理される。この熱処理の温度が200°C未満では、繊維上への接着剤皮膜の形成及びゴムとの反応が不十分で、満足な接着力が得られず、一方、250°Cを超える高温では、繊維上に形成された接着剤皮膜が劣化して、接着力が低下したり、繊維を形成するポリエチルが熱分解を起こすため、繊維の強力等が低下したりして、好ましくない。

【0017】なお、本発明における接着液による処理は、通常、1段処理で十分であるが、場合によっては、本発明における接着液で第1段処理した後、通常のRFL液で第2段処理したり、濃度の異なる本発明における接着液で2段処理(通常、第2段目の濃度は低くする)したりしてもよい。

【0018】このようにして、接着液による処理及び熱

処理を施されたポリエチル繊維は、天然ゴム又は合成ゴムを主体としたゴム組成物中に埋め込まれ、加圧下に加熱して加硫され、ゴムと接着される。

【0019】

【作用】本発明においては、接着液に高粘度、すなわち高分子量の総合フェノール化合物が配合されているので繊維上に強固な接着剤皮膜が形成され易く、接着剤付与後の熱処理温度が比較的低くても高い接着力を示すものと認められる。また、膨潤性層状粘土鉱物が配合されているので接着液の粘性が均一となり、接着液が均一な状態で繊維上に付着され、均一な接着剤皮膜が形成されるものと認められる。

【0020】

【実施例】次に、実施例により本発明を具体的に説明する。実施例において、「部」は、重量部を意味し、測定法は次の通りである。

(1) 固形分濃度

重量既知の磁性ルツボに、試料(アンモニア水溶液)4~5gを精秤、採取し、ウォーターバス上で蒸発乾固した後、120°Cで1時間乾燥し、冷却後、秤量して残渣の量を求め、固形分濃度を算出する。

(2) pH

ビーカーに試料を採取し、ガラス電極-カロメル電極のpHメータで測定する。

(3) 粘度

測定容器に試料を採取し、恒温槽中で、温度を20±0.2°Cに調整し、BL型回転粘度計(東京計器社製)で測定する。なお、試料の固形分濃度が20.5重量%を超えていいる場合は、5規定あるいは5規定以上のアンモニア水で希釈し、一方、試料の固形分濃度が19.5重量%未満の場合は、減圧下、50°C以下の温度でゆっくり蒸発させ、試料の固形分濃度が20±0.5重量%となるように調整した後、粘度を測定する。また、pHが10未満の場合は、28%アンモニア水を加えて調整する。

(4) 接着力

表1に示した組成のゴム配合物を用い、JIS-L1017(198

3)の接着力-A法に準じて測定する。

【0021】

【表1】

組成	部
天然ゴム(ESS#4)	40
ブタジエン-スチレンゴム(#1502)	30
HAFカーボンブラック	25
亜鉛華	2.5
ステアリン酸	0.7
硫黄	1.3
加硫促進剤	0.5

【0022】(5) ディップ付着量

JIS-L-1017(1983)のディップピックアップ、溶解法
(2)に準じて測定する。

【0023】実施例1～2、比較例1～3

10%水酸化ナトリウム水溶液3部に水 80部を加えた後、レゾルシン41部を添加し、搅拌、溶解した。次いで37%ホルマリン36部を加え、5分間搅拌し、25°Cで2時間反応させる。得られた反応液を、固形分濃度41%のVラテックス、「ビラテックス」60部に、搅拌しながら加え、10分間搅拌混合した後、25°Cで22時間熟成させ、*10

*せ、RFL液(イ)とした。このRFL液(イ)に、縮合フェノール化合物の固形分濃度20%のアンモニア水溶液、「デナボンド」(DB)(ロ)及び崩壊性層状粘土鉱物「ルーセンタイトSN」(RT)(ハ)の2重量%水分散液を表2に示す量(部)で加え、搅拌し、接着液A～Eを得た。(接着液B、C、Dは比較例である。)

【0024】

【表2】

接着液	A	B	C	D	E
DB粘度	75	75	75	50	105
DB添加量	30	30	0	30	30
RT添加量	0.20	0	0.20	0.20	0.20

注：(1) DB(デナボンド)粘度の単位は、センチポアズ。

(2) DB及びRT(崩壊性層状粘土鉱物)の添加量は、

固形分重量比でRFL 100部に対するもの。

【0025】ポリエチレンテレフタレートチップをエクストルダー型溶融紡糸機に供給し、糸温度 300～305°Cで紡糸し、延伸して、1500 d/25dのポリエチル糸を得た。得られたポリエチル糸は、固有粘度(フェノールと四塩化エタンとの等重量混合物を溶媒とし、温度20°Cで測定)が0.92、末端カルボキシル基濃度が23eq/10³g、強度が8.7g/dであった。

【0026】このポリエチル糸2本を、下燃40回/10cm、上燃40回/10cmの燃数でコードとし、リッヅラー社*

*製コンピュートリーターを用いて、上記接着液のそれぞれに浸漬し、120°Cで100秒間乾燥した後、240°Cで120秒間熱処理した。このようにして得られた処理コードを表1に示す組成のゴムシートに埋め込み、圧力 100kg/cm²、温度 150°Cで30分間加硫し、接着力を測定した。ディップ付着量及び接着力を表3に示す。

【0027】

【表3】

	実施例		比較例		
	1	2	1	2	3
使用接着液	A	E	B	C	D
ディップ付着量(%)	5.2	5.3	5.1	5.5	5.3
接着力(kg/cm)	18.8	19.0	16.7	10.2	16.6

【0028】表3から明らかなように、本発明の実施例1～2では、処理コードとゴムとの接着力は良好であり、また、ポリエチル繊維との接触部分であるローラ等の汚れも少なく操業上問題となることはなかった。これに対して、比較例1～3では、ローラ等の汚れはないものの、処理コードとゴムとの接着力において満足できるものではなかった。

★【0029】

【発明の効果】本発明によれば、ポリエチル繊維のゴムとの接着性を向上させるとともに、処理工程においてガムアップ現象を起こさず、作業性や生産性を向上させ、また、高品位の製品を与えるゴム補強用ポリエチル繊維の処理方法が提供される。